

Dispersing agents, dispersions containing these agents and paints and inks made from the dispersions

Patent Number: ☐ US4224212

Publication date: 1980-09-23

Inventor(s): TOPHAM ARTHUR

Applicant(s): ICI LTD

Requested Patent: ☐ JP54037082

Application Number: US19780919831 19780628

Priority Number (s): GB19770029803 19770715

IPC Classification: B01F17/52; C08K5/01; C08K5/02

EC Classification: B01F17/00K2, C08G69/44, C08G81/00, C09D11/02B, C09D17/00F

Equivalents: AU3780278, AU518818, ☐ BE868890, CA1117689, ☐ CH640150, ☐ DE2830860, ☐ DK152564B, DK152564C, DK317278, ☐ FR2397226, ☐ IT1097525, JP1570685C, JP63030057B, ☐ NL184624C, ☐ NL7807584, NZ187714

Abstract

Dispersing agents comprising a poly(lower alkylene)imine chain to which are attached at least two polyester chains by means of salt and/or amide links and the use of these agents in the preparation of dispersions of solids, particularly dyestuffs and pigments, in organic liquids.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

Best Available Copy

THIS PAGE BLANK (USPTO)

①日本国特許庁
公開特許公報

①特許出願公開
昭54—37082

⑤Int. Cl.²
B 01 F 17/28
C 09 D 11/00
C 09 D 17/00

識別記号

⑥日本分類
13(9) D 2
24(3) A 01
118 B 1
116 B 01

庁内整理番号
6771—4G
2102—4J
2102—4J

④公開 昭和54年(1979)3月19日

発明の数 3
審査請求 未請求

(全 9 頁)

④分散剤、該分散剤を含有する分散液、および
該分散液から製造せる塗料およびインキ

①特 願 昭53—84640

②出 願 昭53(1978)7月13日

優先権主張 ③1977年7月15日③イギリス国
(GB)④29803/77

⑦発 明 者 アーサー・トフアム
イギリス国マンチエスター・ミ
ドルトン・デイングル・ロード

⑦出 願 人 インベリヤル・ケミカル・イン
ダストリーズ・リミテッド
イギリス国ロンドン市エス・ダ
ブリュー1ミルバンク・インペ
リヤル・ケミカル・ハウス(番
地なし)

⑧代 理 人 弁護士 ローランド・ゾンデル
ホフ 外1名

明 細 書

1 発明の名称

分散剤、該分散剤を含有する分散液、および
該分散液から製造せる塗料およびインキ

2 特許請求の範囲

1. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離の
カルボン酸基を有するポリエステルとの反応
生成物より成り、その中でそれぞれのポリ
(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポ
リエステル連鎖が結合された分散剤
2. 反応生成物がアミドであることを特徴とす
る、特許請求の範囲第1項記載の分散剤
3. 反応生成物が塩であることを特徴とする、
特許請求の範囲第1項記載の分散剤
4. ポリエステルが、式: HO-X-COOH [式中X
が、最低8つの炭素原子を有しかつ其中最
低4つの炭素原子がヒドロキシル基およびカ
ルボン酸基間にある2価の飽和または不飽和
脂肪族基である]のヒドロキソカルボン酸か
ら誘導されるか、もしくはこのようなヒド

ロキソカルボン酸と、ヒドロキシル基不含であ
るカルボン酸との混合物から誘導されること
を特徴とする、特許請求の範囲第1～第3項
のいずれかに記載の分散剤

5. ポリエステルが、平均分子量1600を有
しかつ、商業的な12-ヒドロキシステアリ
ン酸から誘導されることを特徴とする、特許
請求の範囲第4項記載の分散剤
6. ポリ(低級アルキレン)イミンが、窒素原
子最低20%が第3級アミノ基として存在す
る高度に分枝せる形であることを特徴とする
、特許請求の範囲第1～第5項のいずれかに
記載の分散剤
7. ポリ(低級アルキレン)イミンが、500
0～100000の範囲内の平均分子量を有す
るポリ(エチレン)イミンであることを特徴
とする、特許請求の範囲第6項記載の分散剤
8. ポリエステル対ポリ(エチレン)イミンの
重量比が2:1～5:1の範囲内にあること
を特徴とする、特許請求の範囲第7項記載の

分散剤

9. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合された分散剤を含有する有機液体中固体の分散液
10. 分散剤を、固体の重量をベースとして15重量%~40重量%含有することを特徴とする、特許請求の範囲第9項記載の分散液
11. 固体を、分散液の全重量をベースとして20重量%~50重量%含有することを特徴とする、特許請求の範囲第9または第10項のいずれかに記載の分散液
12. 固体が染料または顔料であることを特徴とする、特許請求の範囲第10~第12項のいずれかに記載の分散液
13. 顔料が、ルビントナ、ベンチジンイエローおよびカーボンブラックより成る群から選択されることを特徴とする、特許請求の範囲

本発明によれば、ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合された分散剤が得られる。

この反応生成物は、ポリエステルをポリ(低級アルキレン)イミンと反応させる反応条件の激しさに関連して塩もしくはアミドである。

有利なポリエステルは、式： HO-X-COOH 〔式中Xが、最低8つの炭素原子を有しかつその中最低4つの炭素原子がヒドロキシ基およびカルボン酸基間にある2価の飽和または不飽和脂肪族基である〕のヒドロキシカルボン酸から誘導されるか、またはヒドロキシ基不含であるこのようなヒドロキシカルボン酸の混合物から誘導される。

この塩および/またはアミドは部分的に酸、特に鉱酸で中和されていることができ、かつこれがアルキル化されていることができる、この

第12項記載の分散液

14. 染料が分散染料であることを特徴とする、特許請求の範囲第12項記載の分散液
 15. 有機液体が炭化水素であることを特徴とする、特許請求の範囲第9~第14項のいずれかに記載の分散液
 16. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合された分散剤を含有する分散液から製造された塗料およびインキ
 17. 染料が分散染料である特許請求の範囲第14項記載の分散液から製造された転写印刷用インキを特徴とする、特許請求の範囲第16項記載のインキ
- 3 発明の詳細を説明

本発明は、分散剤、および該分散剤を含有する有機液体中固体の分散液、並びに該分散液から製造された塗料およびインキに関する。

結合せるアルキル基が場合により、例えばジメチルサルフェートと反応させることにより置換され、従つてまた塩が形成される。

低級アルキレンなる用語は、炭素原子数2~4を有するアルキレン基を表わし、かつ有利なポリ(低級アルキレン)イミンはポリエチレンイミンであり、これは実質的に直鎖状かまたは分枝状でも使用可能である。分枝状の、さらにとりわけ、窒素原子最低20%が第3アミノ基中に存在する高度に分枝状のポリエチレンイミンを使用するのが有利である。一般に、適当なポリ(低級アルキレン)イミンの分子量は、500よりも大、有利に5000よりも大であり、さらにとりわけ10000~100000の範囲内にある。

例えば有利なポリエステルは、ヒドロキシカルボン酸またはこのような酸の混合物もしくはヒドロキシカルボン酸およびカルボン酸の混合物を、場合によりエステル化触媒の存在において、有利に160~200℃の範囲内の温度で、

所望の分子量が得られるまで加熱することにより得られる。エステル化の過程は、生成物の酸価を測定することによりフォローされることができ、有利なポリエステルは、10~100mg KOH/g の範囲内の、とりわけ20~50mg KOH/g の範囲内の酸価を有する。エステル化反応で生じた水が反応媒体から除去され、かつ有利にこれが、窒素気流を、反応混合物上を通過させることによるか、または有利に、反応をトルエンまたはキシレンのような溶剤の存在において実施し、かつ水をこれが生じた際に除去することにより行なわれることができる。

その後、得られたポリエステルが常法で分離されることができる。しかしながら反応が、その存在がその後の分散液中で有害でない有機溶剤の存在において実施される場合、得られたポリエステル溶液が使用されることができる。

前述のヒドロキシカルボン酸中で、Xにより表わされる基が有利に12~20個の炭素原子を有し、かつさらにこれは、カルボン酸基および

ヒドロキシ基間に8~14個の炭素原子のあるのが有利である。また、ヒドロキシ基が第2級ヒドロキシ基であるのが有利である。

このようなヒドロキシカルボン酸の特殊な例として、リシノール酸、9-および10-ヒドロキシステアリン酸（オレイン酸を硫酸化し引き続き加水分解することにより得られる）の混合物、および12-ヒドロキシステアリン酸、および殊に、12-ヒドロキシステアリン酸に付加的にわずかな量のステアリン酸およびパルミチン酸を含有する、商業的に使用可能な水素添加せるヒマシ油脂肪酸が挙げられることができる。

ヒドロキシカルボン酸とともに使用され、有利なポリエステルを得ることができるカルボン酸は、有利に、飽和または不飽和の脂肪族化合物のカルボン酸、殊に、8~20個の炭素原子の連鎖を含有するアルキルおよびアルケニルカルボン酸である。このような酸の例として、ラウリン酸、パルミチン酸、ステアリン酸および

オレイン酸が挙げられることができる。

殊に有利なポリエステルは、平均分子量約1600を有する商業的な12-ヒドロキシステアリン酸から誘導されたものである。このようなポリエステルは、全て詳細に英国特許明細書第1373660号および同第1342746号に記載されている。

該分散剤中のポリエステル対ポリアルキレンイミンの重量比は、好ましくは1以上、および有利に1~10の範囲内である。ポリエチレンイミンと、12-ヒドロキシステアリン酸から誘導されたポリエステルとを反応させることにより形成された分散剤の場合、ポリエステル対ポリエチレンイミンの重量比が2~5の範囲内にあるのが殊に有利である。明白に、この2つの反応成分の等モル比は、それらのそれぞれの平均分子量に関連する。

本発明のさらに他の利点によれば、前記せるような分散剤を含有する、有機液体中固体の分散液が得られる。

該分散液は、常用かつ公知の任意の分散液製造法により得られる。従つて、固体、有機液体および分散剤が、任意の順序で混合され、かつその後この混合物に、固体の粒径を低減させるための機械的処理が、分散液が形成されるまで例えばボールミル加工、ビーズミル加工、グラベルミル加工またはプラスチック用ローラ加工することにより施される。

選択的に固体は、その粒径を独立かまたは、有機液体もしくは分散剤との混合物中で低減させるため処理されることができ、かつその後他の成分または複数の成分が添加され、それに引き続きその分散液が、該混合物を攪拌することにより得られることができる。この方法で得られかつ、微細に分配された形の固体および1種またはそれ以上の分散剤より成る分散液が本発明のもう1つの特徴である。

分散液中に存在する分散剤の量が、固体の重量をベースとして5重量%~50重量%、さらに有利に15~40重量%に相応する程度であ

り、かつ有利にこの分散液が、該分散液の全重量をベースとして20重量%~50重量%の固体を含有するのが有利である。

固体は、有機液体に関連する温度で実質的に不溶であり、かつ微細に分配せる状態に粉碎されることが可能である任意の無機または有機化合物であることができる。本発明は、固体が顔料または染料である場合に殊に有効であり、かつこのような固体を含有する分散液が本発明の有利な特徴である。顔料なる用語は、無機および有機顔料を2つとも包含し、かつレーキおよびトナーをも包含する。

有機顔料の例として、アゾ、チオンインジゴ、アントラキノン、アントラントロンおよびインベンズアントロン顔料、バット・ダイ顔料、トリフエンジオキサジン顔料、フタロシアニン顔料、例えば、銅フタロシアニン、その核塩素化誘導体および銅テトラフェニルまたはオクタフェニルフタロシアニン、および他のヘテロ環顔料、例えば直鎖キナクリドンが挙げられること

ができる。

無機顔料の例として、鉛、亜鉛、バリウムおよびカルシウムのクロム酸塩を包含するクロム顔料および種々の混合物および変性体を挙げることができる。このようなものは、帯緑黄色の顔料として、ブリムローズ、レモン、ミドルオレンジ、スカレットおよびレッドクロームズなる名称下の赤色系色調に商業的に使用可能である。変性クロム顔料は、例えば硫酸塩および/または付加的な金属、例えばアルミニウム、モリブデンおよび錫を含有することができる。無機顔料の他の例は、カーボンブラック、二酸化チタン、酸化亜鉛、紺青およびその、ブランスウィックグリーンまたはクロムグリーンとして公知であるクロムイエロー、硫化カドミウムおよびスルホセレンドとの混合物、酸化鉄、朱および群青である。本発明に適當であるこれらのおよびその他の種々の顔料が、染色および着色業者協会およびアメリカ繊維化学者および着色業者協会 (the Society of Dyers and Colo-

urists and the American Association of Textile Chemists and Colourists) により1956年に共同出版された“カラーインデックス第2版”(Colour Index 2nd Edition)の第2巻中に、“ピグメント”(Pigments)なる表題下およびこれに引続き認可された補足案中に記載されている。

“レーキ”(lake)なる用語は、水に不溶な金属塩または、アルミナのような水に不溶な無機ベース上に沈着せる有機染料の錯体を表わす。

“トナー”(toner)なる用語は、溶性またはわずかに溶性の有機染料、詳しくはアゾ染料の、水に不溶な金属塩または錯体、詳しくはカルシウムまたはバリウム塩を表わし、場合によりロジンのような展延剤の存在において製造されたものである。

前述のレーキおよびトナーの詳細な例は、1-(2'-スルホ-4'-メチル-5'-クロルフエニルアゾ)-2-ヒドロキシ-3-ナフ

トエ酸より成るバリウムトナー、3-(4'-クロルフエニルアゾ)キノリン-2:4-ジオールより成るニッケル錯体、1-(2'-スルホ-4'-クロル-5'-メチルフエニルアゾ)-2-ナフトールより成るロジン添加バリウムトナー、1:4-ジヒドロキシアントラキノン-2-スルホン酸より成るアルミニウムレーキおよび、とりわけ、1-(2'-スルホ-4'-メチルフエニルアゾ)-2-ヒドロキシ-3-ナフトエ酸より成るロジン添加カルシウムトナーを挙げることができる。

本発明の分散液に使用するのに殊に有利な顔料は、ルビントナー、ベンチジンイエローおよびカーボンブラックであり、このようなものは出版物用のグラビア印刷インキおよび新聞印刷インキで使用されている。

染料の例として、分散染料のような水に不溶な染料、および塩基性、酸性および直接染料のような水溶性染料を挙げることができる。例えばこれら染料は、モノアゾおよびジスアゾ染料

およびそれらの金属化誘導体のようなアゾ染料、アントラキノン、ニトロ、フタロシアニン、メチン、スチリル、ナフトベリノン、キノフタロン、ジアリールメタン、トリアリールメタン、キサントゲン、アジン、オキサジンおよびチアジン染料である。もし所望ならばこれら染料は、繊維材料と共有結合を形成することができる。また含有する反応性染料であることができる。

任意の有機液体が分散液中で使用されることができるが、炭化水素が有利である。このような液体の例として、ベンゼン、トルエン、キシレンのような芳香族炭化水素、石油フラクション、ホワイトスピリットおよびシクロヘキサンのような脂肪族および脂環式炭化水素、およびスピンドル油のような高沸点鉱油を挙げることができる。選択的な有機液体は、クロルベンゼン、トリクロルエチレン、ペルクロルエチレン、1,1,1-トリクロルエタン、メチレンクロリド、クロロホルム、1,1,2-トリクロル-1,2,2-トリフルオロエタン、四塩化

炭素、テトラクロルエタンまたはジブロムエチレンのようなハロゲン置換炭化水素およびこれら化合物の混合物、ブチルアセテートおよび、リソワニス媒体として使用される高温処理せるアモニ油のようなエステル、および、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンおよびシクロヘキサノンのようなケトンである。これら溶剤は、他の材料例えば、塗料媒体中で使用されるアルキド、ニトロセルロース、アクリル、ユリア/ホルムアルデヒド、メラミン/ホルムアルデヒドまたは他のレジン、もしくはグラビヤインキ媒体中で使用されるロジン添加亜鉛/カルシウムを溶液中に含有することができる。殊に有利な溶剤は、100~120℃の範囲内に沸点を有する石油フラクション、すなわちトルエン、キシレンおよびスピンドル油である。

本発明の分散液は、微細に分配されかつ解凝集状態の固体を含有する流動性または半流動性の組成物であり、かつ、これらそれぞれの固体の分散液が常用される全ての用途に使用される

ことができる。従つて顔料分散液は、該分散液に、殊に出版物用グラビヤインキおよび新聞印刷インキの製造に常用される他の成分を混合することにより、このようなインキを製造する場合に有用である。またこれら分散液は、塗料を、その用途のために該分散液を常用のアルキドまたは他のレジンへ混入し製造する場合に有用である。

染料分散液は、繊維プリント用インキまたは溶剤系染色インキを製造する場合、および殊に染料が昇華性の分散染料であり、転写印刷する場合に有用である。さらに、このような分散液を含有するインキおよび塗料が本発明の特徴である。

分散液が半流動性である場合、その流動性を、英国特許明細書第1508576号に記載されたような流動化剤を添加することにより増大させることができる。

さらに本発明を以下の実施例につき詳説する。例中の「部」および「パーセント」は全て

「重量部」および「重量パーセント」である。
分散剤A

分子量約1200を有するポリエチレンイミン(ダウケミカル社(Dow Chemical Company)により商標名「PRI 12」下に市販)50部およびポリエステルA(下記参照)66.6重量部より成る混合物を、3時間150℃で窒素気流下に水蒸気を逃出させつつ攪拌する。生成物はゴム状であり、トルエンに可溶、水に不溶である。赤外スペクトルは、3300、1660および1550 cm^{-1} にアミド基によるバンド、1610および780 cm^{-1} にアミノ基によるバンド、および1735 cm^{-1} にエステル基によるバンドを示す。実質的にこの生成物は、ポリエチレンイミンおよびポリエステルの1:1モル反応生成物であり、従つて米国特許明細書第3882088号に開陳された一般的種類の反応生成物である。これは本発明の実施例ではなく、比較の目的で包含されたいにすぎない。

キシレン348部および商業的等級の12-

ヒドロキシステアリン酸（酸価およびヒドロキシ価それぞれ182 mg KOH/g および160 mg KOH/g を有する）3350部より成る混合物を22時間190℃～200℃で攪拌し、反応中に生じた水を溜出物中のキシレンと分離し、その後これを反応媒体中へ返流する。水152部を捕集せる後、キシレンを、200℃で窒素気流中で加熱することにより除去する。得られた淡黄色の液体は酸価35.0 mg KOH/g を有する。

例 1

分散剤 B

このものを、分散剤 A と類似に、但し2倍の量のポリエステル A を使用しかつ2時間だけ加熱し製造する。酸価5.2 mg KOH/g。赤外スペクトルは分散剤 A のそれと類似であるが、アミノ基によるバンドがそれよりも弱い。

例 2

分散剤 C

分子量約5000を有する高度に分枝せるポ

リエチレンイミン（ダウケミカル社により商標名「PEI 600」下に33%水溶液として市販）75部およびトルエン21.6部より成る混合物を窒素下に攪拌および煮沸し、分離装置を使用し水を溜出物から除去するとともに、トルエンを反応混合物へ返流する。ポリエステル A 50部およびさらにトルエン21.6部を添加し、かつこの混合物を、トルエンを溜去しつつ温度が150℃に達するまで攪拌する。1時間後に150℃で、この混合物は攪拌するのに粘稠になりすぎるが、この混合物を150℃でさらに2時間維持する。冷却すると、炭化水素溶剤に可溶である褐色のゴム状物が生じる。酸価は16.8 mg KOH/g である。

例 3

分散剤 D

分散剤 B 22部のトルエン33部中溶液を38℃で攪拌するとともに、ジメチルサルフェート1.35部を添加する。発熱反応が温度を48℃に上昇させる。90～100℃で45分間攪

例 3

分散剤 D

最後に水銀柱18 mmで加熱脱水し、その後ポリエステル A 190.8部を添加した。この混合物を窒素気流下に2時間150℃で加熱した。冷却すると、炭化水素溶剤に可溶なゴム状物が生じた。この生成物22部のトルエン44部溶液を攪拌するとともに、硫酸0.81部の水5部中溶液を添加する。水を溜出させ、分離装置を使用しトルエンを反応混合物へ返流し、澄明な33.6%溶液を得る。

例 4

例 4

分散剤 E

50000の範囲内の分子量を有するポリエチレンイミンの約50%水溶液（BASF社により商標名「ポリミン（Polymine）P」下に市販）50部を、100℃で減圧下に、最後に水銀柱18 mmで加熱脱水し、残渣24.1部へポリエステル A 192.8部を添加する。この混合物を窒素気流下に2時間150℃で攪拌する。冷却すると、炭化水素溶剤に可溶な軟質ゴムが生じる。この生成物22部のトルエン44部中溶液を攪拌するとともに、ジメチルサルフェート0.45部を添加する。45分90～100℃で攪拌した後反応を完結させ、これを冷却し、澄明な33.7%溶液を得る。

例 5

分散剤 F

ポリミン P 100部を100℃で減圧下に、

最後に水銀柱18 mmで加熱脱水し、その後ポリエステル A 190.8部を添加した。この混合物を窒素気流下に2時間150℃で加熱した。冷却すると、炭化水素溶剤に可溶なゴム状物が生じた。この生成物22部のトルエン44部溶液を攪拌するとともに、硫酸0.81部の水5部中溶液を添加する。水を溜出させ、分離装置を使用しトルエンを反応混合物へ返流し、澄明な33.6%溶液を得る。

例 6

分散剤 G

このものを、分散剤 F と類似に、但し硫酸の代りに濃塩酸1.18部を使用し製造する。最終的な溶液は澄明な32.9%溶液である。

例 7

分散剤 H

ポリエステル A 250部、沸点100～120℃の石油フラクション275部およびポリミン P 125部より成る混合物を攪拌するとともに水を溜出させ、分離装置を使用し石油フラク

ションを反応混合物に返流する。この生成物は、澄明な55.6%溶液である。これは、赤外スペクトルにおいて 1565 cm^{-1} にカルボキシレート陰イオン基によるバンドが存在しかつ、アミド基によるバンドが存在しないことにより示されるような塩である。

例 8

分散剤 I

リシノール酸1200部およびキシレン156部より成る混合物を23時間190~200℃で煮沸し、分離装置を使用し溜出液から水を除去しかつキシレンを反応混合物へ返流する。その後、溶剤を150℃で減圧下に除去し、酸価23.9 mg KOH/gの油状物としてのポリリシノール酸を残す。

ポリミンP100部を100℃で減圧下に、最後に水銀柱18mmで加熱脱水し、その後、ポリリシノール酸193.6部を添加する。15分40℃で攪拌した後、塩が澄明粘稠な液体として得られる。

り成る混合物を、窒素気流下に攪拌するとともに温度を150℃に上昇させ、水蒸気を逃がさせる。80分後に150℃で、これを110℃に冷却し、さらにスピンドル油262部を添加する。100~110℃で1時間攪拌した後、この30%溶液を冷却し、粘稠な溶液を形成させる。赤外スペクトルは分散剤Jよりも多数のアミド基の存在を示す。

例 11

1-アミノ-2-フェノキシ-4-ヒドロキシアントラキノン4部、分散剤Bおよび、沸点100~120℃の石油フラクション4.8部より成る混合物を16時間ボールミル加工し染料の流動性分散液を得る、このものは、ポリエステル繊維を有機溶剤から染色する場合に使用するのに適当であり、かつ殊に印刷紙用のグラビヤおよび回転スクリーン印刷インキに使用するのに適当であり、ポリエステル繊維材料に転写印刷法により施すのに適当である転写紙が得られる。

例 9

分散剤 J

ポリエステルA200部、ポリミンP100部およびスピンドル油250部より成る混合物を攪拌するとともに、温度を徐々に110℃に上昇させ、水蒸気を逃がさせ、かつ発泡を阻止する必要がある場合はわずかな量のシリコン消泡剤を添加する。20分後に110℃でこの生成物、有利に塩の50%溶液を20℃に冷却し粘稠な溶液を形成する。赤外スペクトルは弱いアミドバンドを 1660 cm^{-1} に示しかつ、 1565 cm^{-1} にカルボキシレートアニオンによる、および 1730 cm^{-1} にエステル基による強いバンドを示す。

例 10

分散剤 K

ポリエステルA160部、ポリミンP80部、スピンドル油(新聞用インキ中に使用される高沸点鉱油フラクション)200部およびシリコン消泡剤の50%エマルジョン0.05部より

例 12

ポリクロロ銅フタロシアニン3部、分散剤R0.9部および、沸点100~120℃の石油フラクション8.1部より成る混合物を16時間ボールミル加工し、グラビヤ印刷インキに使用するのに適当である顔料の流動性分散液を得る、

類似の分散液が、前述の顔料の以下をどの顔料に代えた場合でも得られる：

- (a) フラバントロン
- (b) 4,10-ジブロムアンタントロン
- (c) インダントロン
- (d) スルホクロム酸鉛
- (e) カラーインデックス・ベーシックブルー-(C. I. Basic Blue) 7(42595)のホスホモリブドタングステート

例 13

カラーインデックス・ピグメントグリーン610(12775)3部、分散剤Bの55%溶液1.62部および、沸点100~120℃の石油フラクション5.38部を16時間ボールミル加

第 1 表

工し、顔料の流動性分散液を得る。

類似の分散液が、前述の顔料をカラーインデックス・ピグメント赤Ⅲ3(12120)またはカラーインデックス・ピグメント赤Ⅲ57(15850レーキ)により代えた場合に得られる。

もし分散剤Hを、フランス特許明細書第1543762号に記載された、ステアリン酸142部とポリミンP43部とを、分散剤Hの製造に使用された条件(例7参照)下に反応させることにより製造される種類の化合物により代えたならば、分散液は非流動性であり、従つて取扱いが困難である。

下表に、該表の第2欄に記載せる顔料およびその部数、該表の第3欄に記載せる分散剤およびその部数、および該表の第4欄に記載せる、全重量を10部とするのに十分な量の有機液体を一括に溶解することにより得られる、本発明の流動性組成物の他の例をまとめた。

例	顔料およびその量	分散剤およびその量	有機液体
14	ジプロムアンタントロン 3部	分散剤H 0.9部	キシレン
15	キナグリドン 3部	"	"
16	カーボンブラック 3部	"	"
17	C.I. ピグメントイエローⅢ12(21090) 4部	"	沸点100~120℃の石油フラクシオン
18	C.I. ピグメント赤Ⅲ57(15850レーキ) 4部	" 0.8部	"
19	カーボンブラック 5部	" 0.75部	"
20	C.I. ピグメントバイオレットⅢ23 3部	分散剤C 0.9部	"
21	ポリクロム銅フタロシアニン 3部	" 0.9部	トルエン
22	β形銅フタロシアニン 3部	分散剤D 41.6% 溶液 1.45部および下記の流動化剤 0.3部	"
23	カーボンブラック 4部	分散剤E 33.7% 溶液 1.78部	"
24	"	分散剤F 33.6% 溶液 1.79部	"

25	カーボンブラック 4部	分散剤G 32.9% 溶液 1.82部	トルエン
26	C.I. ベンツナブルー7(42595)のホスホリブドタングステート 3部	分散剤H 55.8% 溶液 1.82部	沸点100~120℃の石油フラクシオン
27	C.I. ピグメントイエローⅢ34(77603) 3部	"	"
28	C.I. ピグメントバイオレットⅢ5(58055レーキ) 3部	"	"
29	C.I. ピグメントグリーンⅢ7(74260) 3部	"	"
30	C.I. パットオレンジⅢ3(59300) 3部	"	"
31	C.I. パットブルーⅢ4(69800) 3部	"	"
32	カーボンブラック 3部	"	"
33	C.I. ピグメントイエローⅢ12(21090) 3部	"	"
34	C.I. パットブルーⅢ4(69800) 3部	"	ヘキサシン
35	"	"	シクロヘキサシン
36	"	"	メチルイソブチルケトン

37	C.I. ピグメントグリーンⅢ7(74260) 3部	分散剤I 0.9部	沸点100~120℃石油フラクシオン
38	C.I. パットブルーⅢ4(69800) 2部	分散剤Hの55.8% 溶液 1.06部	ブチルアセテート

例 39

カーボンブラック12部およびスピンドル油88部から製造せる新聞印刷用インキを、粘度につき、フェランテシーリー (Ferranti - Shirley) の円盤平板粘度計を使用し種々の剪断速度で25℃で、カーボンブラック12部、例9に記載せる分散剤Jの50%溶液4部およびスピンドル油84部から製造せる新聞印刷用インキ、および、カーボンブラック12部、例10に記載せる分散剤Kの30%溶液6.7部およびスピンドル油81.3部から製造せる新聞印刷用インキと比較する。分散剤Jまたは分散剤Kは、下表に示したようにさらに流動性かつさらにニュートン流体性である：

第 2 表

剪断速度 (秒 ⁻¹)	粘 度 (ポイズ)		
	分散剤不含 のインキ	分散剤Jを有 するインキ	分散剤Kを有 するインキ
70.95	9.5	3.61	3.24
283.8	5.2	3.57	3.15
567.6	4.4	3.36	3.06
709.5	4.1	3.23	3.04

特開昭54-37082(9)
手 続 補 正 書 (自 発)

昭和 53 年 10 月 5 日

特 許 庁 長 官 殿

1. 事件の表示
昭和 53 年 特 許 願 第 84640 号
2. 発明の名称
分散剤、該分散剤を含有する分散液、および
該分散液から製造せる塗料およびインキ
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
(001) 名 称 インベリヤル ケミカル・インダストリーズ・リミテッド

4. 代 理 人 〒100
住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号
新東京ビルディング 電話(216)5031~5番
氏 名 (0017) 弁護士 ローランド・ゾンデルホフ
5. 補正により増加する発明数 0
6. 補正の対象
明細書の発明の詳細な説明の欄

代 理 人 弁 護 士 ローランド・ゾンデルホフ
(ほか1名)

7 補正の内容

(1) 明細書第18頁下から第1~第2行間に「
ポリエステルA」と加入する。

(2) 同第31頁の第2表以下に、

「もし例19で使用せる分散剤B 0.75部を
分散剤A 0.75部に代えたならば、製造さ
れた分散液が非流動性であり、従つて取扱
いもしくはインキへの変換が極めて困難で
ある。

流動化剤(例22中で使用せるもの)

1つの銅フタロシアニン核当り平均スル
ホン酸基数1.3を有する銅フタロシアニ
ンスルホン酸8.56部を含有するフィル
タケーキ30部および水200部より成る
混合物を攪拌するとともに、アルカード(
Arquad) 2HT-75なる商標名下に市販され
ている、ジオクタデシル-ジメチルアンモ
ニウムクロリド75%およびイソプロパノ
ール25%より成る商業的に適用可能な混
合物7.6部を添加する。90~100℃

で2時間攪拌した後、固体を濾別し、洗浄
しかつ乾燥する。」
と加入する。

昭 60 10. 2

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

昭和 53 年特許願第 84640 号(特開 昭 54- 37082 号, 昭和 54 年 3 月 19 日 発行 公開特許公報 54- 371 号掲載)については特許法第17条の2の規定による補正があったので下記のとおり掲載する。 2 (1)

Int. Cl. 4	識別記号	庁内整理番号
B01F 17/28		8317-4G
C09D 11/00		7342-4J
17/00		7342-4J

手 続 補 正 書 (自発)

昭和 50 年 7 月 12 日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

昭和 53 年特許願第 84640 号

2. 発明の名称

分散剤、該分散剤を含有する分散液、および該分散液から製造せる塗料およびインキ

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 称 インペリアル・ケミカル・インダストリーズ・リミテッド

4. 代理人

住 所 〒100 東京都千代田区丸の内 3 丁目 3 番 1 号
新東京ビルディング 503 号 電話 (216) 5031~5 号
氏 名 (5181) 井堀士 矢 野 敏 雄



5. 補正により増加する発明数 0

6. 補正の対象

明細書の特許請求の範囲の欄

7. 補正の内容

別紙の通り

2 特許請求の範囲

1. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合され^て分散剤。
2. 反応生成物がアミドであることを特徴とする、特許請求の範囲第1項記載の分散剤。
3. 反応生成物が塩であることを特徴とする、特許請求の範囲第1項記載の分散剤。
4. ポリエステルが、式: HO-X-COOH (式中 X が、最低8つの炭素原子を有しかつその中最低4つの炭素原子がヒドロキシル基およびカルボン酸基間にある2個の飽和または不飽和脂肪族基である)のヒドロキシカルボン酸から誘導されるか、もしくはこのようなヒドロキシカルボン酸と、ヒドロキシル基不含であるカルボン酸との混合物から誘導されることを特徴とする、特許請求の範囲第1項から第3項までのいずれか1項記載の分散剤。

5. ポリエステルが、平均分子量1600を有しかつ、商業的な12-ヒドロキシステアリン酸から誘導されることを特徴とする、特許請求の範囲第4項記載の分散剤。
6. ポリ(低級アルキレン)イミンが、窒素原子最低20%が第3級アミノ基として存在する高度に分枝せる形であることを特徴とする、特許請求の範囲第1項から第5項までのいずれか1項記載の分散剤。
7. ポリ(低級アルキレン)イミンが、5000~100000の範囲内の平均分子量を有するポリ(エチレン)イミンであることを特徴とする、特許請求の範囲第6項記載の分散剤。
8. ポリエステル対ポリ(エチレン)イミンの重量比が2:1~5:1の範囲内にあることを特徴とする、特許請求の範囲第7項記載の分散剤。
9. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(

- 低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリ
 エステル連鎖が結合され^{ている}分散剤を含有する有機液体中固体の分散液。
10. 分散剤を、固体の重量をベースとして15重量%~40重量%含有することを特徴とする、特許請求の範囲第9項記載の分散液。
11. 固体を、分散液の全重量をベースとして20重量%~50重量%含有することを特徴とする、特許請求の範囲第9項または第10項記載の分散液。
12. 固体が染料または顔料であることを特徴とする、特許請求の範囲第9項⁹から第11項までのいずれか1項記載の分散液。
13. 顔料が、ルビントナー、ベンチジンイエローおよびカーボンブラックより成る群から選択されることを特徴とする、特許請求の範囲第12項記載の分散液。
14. 染料が分散染料であることを特徴とする、特許請求の範囲第12項記載の分散液。
15. 有機液体が炭化水素であることを特徴とする、特許請求の範囲第9項から第14項までのいずれか1項記載の分散液。
16. ポリ(低級アルキレン)イミンと、遊離のカルボン酸基を有するポリエステルとの反応生成物より成り、その中でそれぞれのポリ(低級アルキレン)イミン連鎖に最低2つのポリエステル連鎖が結合され^{ている}分散剤を含有する分散液から製造された塗料およびインキ。
17. 塗料が分散塗料である特許請求の範囲第14項記載の分散液から製造された転写印刷用インキを特徴とする、特許請求の範囲第16項記載のインキ。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)